

Process and device for carrying out chemical reactions at elevated temperature and elevated pressure

Publication number: DE3141939
Publication date: 1983-05-05
Inventor: KNAPP GUENTHER PROF DIPL ING D (AT)
Applicant: KNAPP GUENTHER PROF DIPL ING D
Classification:
- international: B01J3/03; B01J3/04; B01J3/03; B01J3/04; (IPC1-7): B01J3/04
- European: B01J3/03; B01J3/04
Application number: DE19813141939 19811022
Priority number(s): DE19813141939 19811022

Report a data error here

Abstract of DE3141939

In a process and device for carrying out chemical reactions at elevated temperature, in particular for the wet digestion of organic materials, the medium surrounding sealed and filled reaction vessels of inert material is pressurised to a level higher than the pressure to be expected from the chemical reaction. In this case, the reaction vessels are located in a device which forces the cover upon the lower part of the reaction vessel. The device is located in a vessel which is sealed by a cover with a quick-acting closure. The interior of the vessel is pressurised via a connection, while the heatable bottom sets the required reaction temperature in the interior of the reaction vessels.

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide



Result Page

Notice: This translation is produced by an automated process; it is intended only to make the technical content of the original document sufficiently clear in the target language. This service is not a replacement for professional translation services. The esp@cenet® Terms and Conditions of use are also applicable to the use of the translation tool and the results derived therefrom.

Procedure and device for execution

chemical reactions under increased temperature and increased pressure The invention concerns a procedure and a device for the execution of chemical reactions at increased temperatures and increased pressure, in particular for the wet explanation of organic materials.

To execution chemical reactions under increased pressure and if necessary likewise increased temperature, how this for example with the wet explanation organic materials it is usual exists problem that a reaction container, in which the reacting materials are must be manufactured on the one hand from inert material not to affect over the reaction and/or. an ihr teilzunehmen, und andererseits, dass dieses Reaktions gefäss dem erhöhten Druck und gegebenenfalls auch der erhöhten Temperatur standhalten muss.

At present usual procedures and/or. Devices, which are for this used, solve the aforementioned problems only insufficiently. Like that it is for example usually organic materials under pressures of up to 80 bar at temperatures up to <RTI ID=4.to unlock> 1< 1500C> /RTI, in order to supply it to analyses for example following on metals or metalloids and other elements with atomic absorption or and methods. The Parr bombs for this used consist usually of a firmly bolttable <RTI ID=4.2> Edestahlgefäss< /RTI> with inserted relief valve, into the one herausnehmbares reaction container from a flexible plastic, as Polytetrafluor ethylen (ptfe) is used. These containers bear about hundred explanations at temperature mentioned and one explanation duration of approximately 12 hours, afterwards they must be replaced.From this it is evident that these reaction containers, although ptfe is extremely resistant are strongly attacked by the procedure and thus the reaction by admission and/or. Delivery of material (z.B. Heavy metals) affect kön <RTI ID=4.3> nen< /RTI> a further disadvantage of these reaction containers from ptfe lies therein that the maximum work temperatures are too low, in order a row of organic compounds, in particular aromatics, by the explanation reagent completely to oxidize.

In order to be able to work at higher temperatures, become Carius tubes from glass and/or. Quartz glass uses, which will course-melt after filling with sample and reagents must. On the one hand this procedure is extremely time-consuming and causes high costs, on the other hand holds a Carius tube only for a relatively low internal pressure, how it develops with the procedure, stood. With continuous investigations, how they are for example in the food chemistry at the agenda, it is desirable to keep the explanation duration as small as possible. One can reach this by an increase of the temperature.

The increased temperature and the pressure, which arise in the sample container, resulting from it, make the application more difficult of the procedures specified above and/or. Devices after the state of the art.

The available invention has thus for the task, a procedure and/or. a device for the execution of chemical reactions with <RTI ID=5.to point out> 1< erhöhter> /RTI temperature and under increased pressure in a rapidly accessible lockable quartz container, with which very high pressures are attainable at the same time very high temperatures, in order to unlock also with difficulty oxidizable connections completely.

This task becomes according to invention by a procedure according to requirement 1 and/or. a device according to requirement 2 solved. Further favourable execution forms of the device for the execution of the procedure result from the Unteransprüchen 3 to 5.

In the following on the basis the figures 1 and 2 a preferential execution form of the device according to invention is described, clarified on the basis those also the procedure according to invention.

▲ top

Figure 1 shows a partial profile along the line II-II from figure 2, figure 2 shows a supervision to the Vorrich according to invention tung without cover 4, with a further execution form of the tightener and a drawn in Horizon valley cut by the device 2 along the line II from figure 1 with only two reaction containers.

The device consists of an autoclave container 3, which is manufactured made of high-grade steel preferably just like the covers 4 locking it. Between cover 4 and container 3 is a seal 9, preferably a teflon seal. The cover 4 is pressed in slightly on the container 3 over a quick-locking mechanism 8.

For this the container 3 carries a conical flange 12, which essentially exhibits the same pitch angle, how the conical edge 13 of the cover 4 and the interior cone 14 of the quick-locking mechanism 8, which is implemented as split ring. The diagonal surfaces are in such a manner bended that the arising flanschförmige edge exhibits outside a smaller thickness, as inside at the container. If the cover 4 on the container 3 is, then the split quick-locking mechanism 8 sits.up on the edge tapering outward and is pulled together over tighteners 15. The ? Zuspinnen? of the split quick-locking mechanism 8 can be managed over bands, screws, spring-actuated locks and the like.Such <RTI ID=6.To open> to close 1< catches> iessvor /RTI direction are extreme fast and and offer at the same time optimal protection before leakage, since the attainable forces, with which the cover 4 on the container 3 is pressed, are extremely high. In the container 3 is a stand 7, which consists of a metal block with recesses 16, which are intended for the admission of the actual reaction containers 1.

For instance in the center of the device 2 a screw 17 intended with nut/mother 18 is, that can press a disk 11 downward. The reaction container 1 preferably consists of quartz glass and points a lower part <RTI ID=6.2> lb,< /RTI> as well as a cover la up, which essentially resemble diameters have. The Uffnungen ser parts is provided with Planschliffen process card, so that the two parts are absolutely closely lockable over teflon seals if necessary, whereby the disk 11 the cover <RTI ID=7.1> 1a< /RTI> on the lower part <of RTI ID=7.2> 1b< /RTI> of the reaction container presses.

The soil 6 of the container 3 is heatable with the execution form shown of the invention and brings over the stand 7 and the medium contents of the reaction containers 1 in the container 3 on the desired temperature. To the control and/or.

Regulation of the work temperature can for example in <the RTI ID=7.3> Petallblock< /RTI> 7, which affects a heating of the reaction containers 1 most strongly, a temperature sensor to be planned.

Further the container 3 or the cover 4 exhibits a connection 5, over which the inside can autoclaves under pressure be set. In the following the execution of the procedure under use of the described device is described, whereby also number data are inserted to assist in the understanding into the lowest part of the container 1b, which exhibits an interior volume of approximately 40 in the available example ml, a sample up to 2 g mass, as well as usually 65% - ige nitric acid given. The quantity of the nitric acid depends on the kind and the quantity of the sample. As approximate value 1 to 2 ml nitric acid for 500 mg sample can be accepted. Then a very thin teflon seal becomes on the top

margin of the container <RTI ID=7.4> 1b< /RTI> put and the covers 1a touched down. After the reaction containers are inserted into the metal block 7, the disk 11 on the screw 17 is set, and tightened the nut/mother 18 so long, until the covers are sufficient strongly on the lower parts of 1b pressed 1a the reaction containers. Then the device 2 into the container 3 filled with containers 1 is brought, the cover 4 on the container 3 under interposing a seal 12 is put on on the container. Afterwards the two RTI <ID=7 become.5> half rings< /RTI> of the quick-locking mechanism 8um in such a way developing edge with double cone put and over the tightener 15 firmly pulled together, so that the cover 4 on the container 3 is pressed wait to conclusion 5 the container then for example from stick a material bomb before beginning of the explanation under an inert gas pressure of approximately 100 bar set. The heated soil 6 on conclusion temperature become upper now either gradually or directly on for instance <RTI ID=8.1>, 300 °C< /RTI> brought. The explanation duration varies then depending upon sample material of less than one up to several hours, whereby the explanation temperature over the Tempe in the stand 7 more raturfühler measured and steered and/or. one regulates. In order the seal 12, which seals the cover 4 to the container 3, not with each filling to renew to have, is held the cover 4 for example over a water cooling below the flow temperature of the seal material.

It is easily evident that during this arrangement and/or. into sem procedure the actual reaction containers 1, which exhibit often substantial internal pressures (30 to 60 bar) at the applied temperatures, these pressures <RTI ID=8.2> not-withstands< /RTI> must, since the external pressure, which prevails in the container, even overcompensates this pressure. By this upper compensation, which the reaction containers 1 withstand easily, the cover becomes <RTI ID=8.3> 1a< /RTI> firmly on the lower part of the reaction container <RTI ID=8.4> 1b< /RTI> pressed, so that no Mate can escape rial from the inside of the reaction container 1.

Between upper and lower part of the container 1 put teflon seal becomes to over its <RTI ID=8.5> yield point< /RTI> heated, does not show however the unfavorable effects of the plastic described above, since their lying exposed surface is negligibly small.

Contrary to procedures and/or. Device after the state of the art is it thus possible, at the same time several samples with substantially higher pressures and <RTI ID=8.To unlock> 6 temperature.< /RTI> as limiting factor for the pressure increase is only the condition autoclaves, thus the container 3 to call the of cover 4 and the Verschlussvorrichtung due to it whereby this or less arbitrarily can be more stably built. The procedure shown and/or. substantial advantages thus particularly offer the described device in relation to the state of the art in the practice. Further the invention offers the possibility a set of materials to unlock, whose treatment required a substantially larger expenditure up to now.

One of the characteristics of the device shown exists to be closed therein that the sample containers cannot only be filled and locked fast, but also the autoclave with the quick-locking mechanism easily, surely and fast and opened can. This is often untrained personnel the complicated mechanism of conventional autoclaves sometimes wrongly served an indispensable condition for continuous investigations, there the here used. These errors happened easily in the practice and under time pressure and can cause accidents, whose effects are hardly to be foreseen.



Result Page

Notice: This translation is produced by an automated process; it is intended only to make the technical content of the original document sufficiently clear in the target language. This service is not a replacement for professional translation services. The esp@cenet® Terms and Conditions of use are also applicable to the use of the translation tool and the results derived therefrom.

<RTI ID=1.1> P A t e n t A n s p r u C h e < /RTI> 1. For procedures for the execution of chemical reactions at it höher temperature and increased pressure in one lock cash quartz container, D A D u r C h g e k e n n z e i C h n e t that one places the reaction partners containing quartz container locked with a cover into a Stän, its owner the cover <of the RTI ID=1.2> of quartz container< /RTI> holds and it against the lower part <of the RTI ID=1.3> Quarzgefäßes< /RTI> presses, which stand with quartz container uses in autoclaves with quick-locking mechanism, the autoclaves under <a RTI ID=1.4> pressure sets, which is higher, than & the pressure which can be expected with<> chemical /RTI reaction heats and the autoclaves on the desired temperature.

<RTI ID=1.5> 2< /RTI> device for the execution of the procedure according to requirement 1, by the fact characterized that at least one quartz container (1) with a flat polished edge <RTI ID=1.to 6> (process card), < /RTI> that that evenly if flat polished edge of a quartz cover (1a) for the container (1) it corresponds, in a stand (7) in ent to speaking recesses (16) is arranged that the stand (7) exhibits a holding device (11, 17, 18) for the cover (1a) of the quartz container that the Stän is (7) in autoclaves (3, 4), whose cover (4) is tet by a quick-locking mechanism to the atmosphere abgedich.

3. Device after one of the requirements 2 or 3, by it characterized, <RTI ID=1.7> daB< /RTI> <the RTI ID=1.8> quartz covers< /RTI> (1a) over clamping means (10) and a disk (11) under sealing on the lowest part <of RTI ID=1.9> (1b)< /RTI> <of the RTI ID=1.10> quartz containers< /RTI> to be pressed.

4. Device after one of the requirements 2 or 3, by the fact characterized that the quick-locking mechanism consists itself of at least conical an edge tapering outward (12, 13) at the edge of container (3) and/or at the cover (4) and a partitioned ring with an appropriate interior cone (14), so that with pulling the ring together the conical surfaces (12, 13, 14) pull one on the other sliding the cover (4) under sealing onto the container (3).

5. Device according to requirement 2, by the fact characterized that the container (3) exhibits a heatable soil (6), which can heat the filled reaction containers (1) over the stand (7) as well as the medium in the container (3), whereby the temperature if necessary over sensors, which are attached preferably in the stand (7), is steered or regulated.

⑬ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Offenlegungsschrift
⑪ DE 31 41 939 A 1

⑤ Int. Cl. 3:
B 01 J 3/04

⑳ Aktenzeichen:
㉔ Anmeldetag:
㉕ Offenlegungstag:

P 31 41 939.9
22. 10. 81
5. 5. 83

㉑ Anmelder:
Knapp, Günther, Prof. Dipl.-Ing. Dr., 8047 Graz, AT

㉒ Erfinder:
gleich Anmelder

㉓ Vertreter:
Reitstötter, J., Prof. Dipl.-Ing.-Chem. Dr. phil. Dr. techn.;
Kinzebach, W., Dipl.-Chem. Dr. phil., Pat.-Anw., 8000
München

Behördeneigentum

⑤4 Verfahren und Vorrichtung zur Durchführung chemischer Reaktionen unter erhöhter Temperatur und erhöhtem Druck

Verfahren und Vorrichtung zur Durchführung chemischer Reaktionen unter erhöhtem Druck, insbesondere zum Naßaufschluß von organischen Materialien, bei dem das Medium, das verschlossene und befüllte Reaktionsgefäße aus inertem Material umgibt, unter Druck gesetzt wird, der höher ist, als der aus der chemischen Reaktion zu erwartende Druck. Hierbei befinden sich die Reaktionsgefäße in einer Vorrichtung, die den Deckel auf den unteren Teil des Reaktionsgefäßes drückt. Die Vorrichtung ist in einem Behälter angeordnet, der durch einen Deckel mit Schnellverschluß abgedichtet ist. Über einen Anschluß wird der Innenraum des Behälters unter Druck gesetzt, während der heizbare Boden die nötige Reaktionstemperatur im Inneren der Reaktionsgefäße einstellt.

(31 41 939)

DE 31 41 939 A 1

DE 31 41 939 A 1

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Verfahren zur Durchführung chemischer Reaktionen bei erhöhter Temperatur und erhöhtem Druck in einem verschließbaren Quarzgefäß, dadurch gekennzeichnet, daß man das die Reaktionspartner beinhaltende, mit einem Deckel verschlossene Quarzgefäß in einen Ständer stellt, dessen Halter den Deckel des Quarzgefäßes hält und ihn gegen den unteren Teil des Quarzgefäßes drückt, den Ständer mit Quarzgefäß in einen Autoklaven mit Schnellverschluß einsetzt, den Autoklaven unter einen Druck setzt, der höher ist, als der bei der chemischen Reaktion zu erwartende Druck und den Autoklaven auf die gewünschte Temperatur aufheizt.
2. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens ein Quarzgefäß (1) mit einem plan geschliffenen Rand (1c), der dem ebenfalls plan geschliffenen Rand eines Quarzdeckels (1a) für das Gefäß (1) entspricht, in einem Ständer (7) in entsprechenden Ausnehmungen (16) angeordnet ist, daß der Ständer (7) eine Haltevorrichtung (11, 17, 18) für den Deckel (1a) des Quarzgefäßes aufweist, daß sich der Ständer (7) in einem Autoklaven (3, 4) befindet, dessen Deckel (4) durch einen Schnellverschluß zur Atmosphäre abgedichtet ist.
3. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Quarzdeckel (1a) über Spannmittel (10) und eine Scheibe (11) unter Abdichtung auf das untere Teil (1b) der Quarzgefäße gedrückt werden.

4. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Schnellverschluß aus mindestens einem konisch sich nach außen verjüngenden Rand (12, 13) am Behälterrand (3) und/oder am Deckel (4) und einem unterteilten Ring mit einem entsprechenden Innenkonus (14) besteht, so daß beim Zusammenziehen des Ringes die konischen Flächen (12, 13, 14) aufeinander gleitend den Deckel (4) unter Abdichtung auf den Behälter (3) ziehen.
5. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Behälter (3) einen heizbaren Boden (6) aufweist, der über den Ständer (7) sowie das im Behälter (3) befindliche Medium die gefüllten Reaktionsgefäße (1) aufheizen kann, wobei die Temperatur gegebenenfalls über Meßfühler, die vorzugsweise im Ständer (7) angebracht sind, gesteuert oder geregelt wird.

20.10.81 3141939

PROF. DR. DR. J. REITSTÖTTER DR. WERNER KINZEBACH
DR. ING. WOLFRAM BÜNTE (1958-1978)

3

REITSTÖTTER, KINZEBACH & PARTNER
POSTFACH 780, D-8000 MÜNCHEN 43

PATENTANWÄLTE
ZUGELASSENE VERTRETER BEIM
EUROPÄISCHEN PATENTAMT
EUROPEAN PATENT ATTORNEYS

TELEFON: (089) 2 71 65 63
TELEX 05215205 ISAR D
BAUERSTRASSE 22, D-8000 MÜNCHEN 40

VNR: 104523

22. Oktober 1981

UNSERE AKTE: M/22 209
OUR REF:

BETREFF:
RE

Prof.Dr.Dipl.-Ing.Günter KNAPP
Sorgeweg 16
A-8047 Graz

Verfahren und Vorrichtung zur Durchführung
chemischer Reaktionen unter erhöhter Tempera-
tur und erhöhtem Druck

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Durchführung chemischer Reaktionen bei erhöhten Temperaturen und erhöhtem Druck, insbesondere zum Naßaufschluß organischer Materialien.

Zur Durchführung chemischer Reaktionen unter erhöhtem Druck und gegebenenfalls ebenfalls erhöhter Temperatur, wie dies beispielsweise beim Naßaufschluß organischer Materialien üblich ist, besteht das Problem, daß ein Reaktionsgefäß, in dem sich die reagierenden Stoffe befinden, einerseits aus inertem Material gefertigt sein muß, um die Reaktion nicht zu beeinflussen bzw. an ihr teilzunehmen, und andererseits, daß dieses Reaktionsgefäß dem erhöhten Druck und gegebenenfalls auch der erhöhten Temperatur standhalten muß.

Die gegenwärtig üblichen Verfahren bzw. Vorrichtungen, die hierfür verwendet werden, lösen die angeführten Probleme nur ungenügend. So ist es beispielsweise üblich organische Materialien unter Drücken von bis zu 80 bar bei Temperaturen bis zu 150°C aufzuschließen, um sie beispielsweise anschließenden Analysen auf Metalle oder Halbmetalle und andere Elemente mit Atomabsorption oder anderen Methoden zuzuführen. Die hierfür verwendeten Parr-Bomben bestehen meist aus einem fest verschraubbaren Edelstahlgefäß mit eingebautem Sicherheitsventil, in das ein herausnehmbares Reaktionsgefäß aus einem elastischen Kunststoff, wie Polytetrafluoräthylen (PTFE) eingesetzt wird. Diese Gefäße halten etwa hundert Aufschlüsse bei der genannten Temperatur und einer Aufschlußdauer von etwa 12 Stunden aus, danach müssen sie ausgetauscht werden. Daraus ist ersichtlich, daß diese Reaktionsgefäße, obwohl PTFE äußerst widerstandsfähig ist, durch das Verfahren stark angegriffen werden und somit die Reaktion durch Aufnahme bzw. Abgabe von Material (z.B. Schwermetalle) beeinflussen können. Ein weiterer Nachteil dieser Reaktionsgefäße aus PTFE liegt darin, daß die maximalen Arbeitstemperaturen zu niedrig

M/22 209

- 5 -

sind, um eine Reihe von organischen Verbindungen, insbesondere Aromaten, durch das Aufschlußreagens vollständig zu oxidieren. Um bei höheren Temperaturen arbeiten zu können, werden Bombenrohre aus Glas bzw. Quarzglas verwendet, die nach der Befüllung mit Probe und Reagentien zugeschmolzen werden müssen. Zum einen ist dieser Vorgang äußerst zeitraubend und verursacht hohe Kosten, zum anderen hält ein Bombenrohr nur einem verhältnismäßig niedrigen Innendruck, wie er bei dem Verfahren entsteht, stand. Bei Reihenuntersuchungen, wie sie beispielsweise in der Lebensmittelchemie an der Tagesordnung sind, ist es wünschenswert, die Aufschlußdauer möglichst gering zu halten. Dieses kann man durch eine Steigerung der Temperatur erreichen. Die erhöhte Temperatur und der daraus resultierende Druck, der im Probengefäß auftritt, erschweren die Anwendung der oben genannten Verfahren bzw. Vorrichtungen nach dem Stand der Technik.

Die vorliegende Erfindung hat somit zur Aufgabe, ein Verfahren bzw. eine Vorrichtung zur Durchführung chemischer Reaktionen bei erhöhter Temperatur und unter erhöhtem Druck in einem rasch zugänglichen verschließbaren Quarzgefäß aufzuzeigen, womit sehr hohe Drücke bei gleichzeitig sehr hohen Temperaturen erzielbar sind, um auch schwer oxidierbare Verbindungen vollständig aufzuschließen.

Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe durch ein Verfahren nach Anspruch 1 bzw. eine Vorrichtung nach Anspruch 2 gelöst. Weitere vorteilhafte Ausführungsformen der Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens ergeben sich aus den Unteransprüchen 3 bis 5.

Im folgenden wird anhand der Figuren 1 und 2 eine bevorzugte Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung beschrieben, anhand derer auch das erfindungsgemäße Verfahren verdeutlicht wird.

Figur 1 zeigt einen Teil-Längsschnitt entlang der Linie II-II aus Figur 2,

Figur 2 zeigt eine Aufsicht auf die erfindungsgemäße Vorrichtung ohne Deckel 4, mit einer weiteren Ausführungsform der Spannvorrichtung und einem eingezeichneten Horizontalschnitt durch die Vorrichtung 2 entlang der Linie I-I aus Figur 1 mit nur zwei Reaktionsgefäßen.

Die Vorrichtung besteht aus einem Autoklavenbehälter 3, der ebenso wie der ihn abschließende Deckel 4 vorzugsweise aus Edelstahl gefertigt ist. Zwischen Deckel 4 und Behälter 3 befindet sich eine Dichtung 9, vorzugsweise eine Teflondichtung. Der Deckel 4 wird auf den Behälter 3 über einen Schnellverschluß 8 angedrückt. Hierfür trägt der Behälter 3 einen konischen Flansch 12, der im wesentlichen den gleichen Steigungswinkel aufweist, wie der konische Rand 13 des Deckels 4 und der Innenkonus 14 des Schnellverschlusses 8, der als zweigeteilter Ring ausgeführt ist. Die schrägen Flächen sind derart angewinkelt, daß der sich ergebende flanschförmige Rand außen eine geringere Dicke aufweist, als innen am Behälter. Wenn sich der Deckel 4 auf dem Behälter 3 befindet, so wird der zweigeteilte Schnellverschluß 8 auf den sich nach außen verjüngenden Rand aufgesetzt und über Spannvorrichtungen 15 zusammengezogen. Das "Zuspannen" des zweigeteilten Schnellverschlusses 8 kann über Spannbänder, Schrauben, Schnappverschlüsse und ähnliches bewerkstelligt werden. Derartige Verschließvorrichtungen sind äußerst schnell zu öffnen und zu schließen und bieten gleichzeitig optimalen Schutz vor Undichtigkeit, da die erzielbaren Kräfte, mit denen der Deckel 4 auf den Behälter 3 gedrückt wird, äußerst hoch sind. Im Behälter 3 befindet sich ein Ständer 7, der aus einem Metallblock mit Ausnehmungen 16 besteht, die zur Aufnahme der eigentlichen Reaktionsgefäße 1 bestimmt sind. Etwa in der Mitte der Vorrichtung 2 ist eine Schraube 17 mit Mutter 18 vorgesehen, die eine Scheibe 11 nach unten drücken kann. Das Reaktionsgefäß 1 besteht vorzugsweise aus Quarzglas und weist ein unteres Teil 1b, sowie einen Deckel 1a auf, die im wesentlichen gleichen Durchmesser haben. Die Öffnungen die-

22.10.81 3141939

M/22 209

- 8 -
7

ser Teile sind mit Planschliffen 1c versehen, so daß die beiden Teile gegebenenfalls über Teflondichtungen absolut dicht verschließbar sind, wobei die Scheibe 11 den Deckel 1a auf das untere Teil 1b des Reaktionsgefäßes drückt.

Der Boden 6 des Behälters 3 ist bei der gezeigten Ausführungsform der Erfindung heizbar und bringt über den Ständer 7 und das im Behälter 3 befindliche Medium den Inhalt der Reaktionsgefäße 1 auf die gewünschte Temperatur. Zur Steuerung bzw. Regelung der Arbeitstemperatur kann beispielsweise im Metallblock 7, der das Aufheizen der Reaktionsgefäße 1 am stärksten beeinflußt, ein Temperaturfühler vorgesehen werden.

Weiterhin weist der Behälter 3 oder der Deckel 4 einen Anschluß 5 auf, über den das Innere des Autoklaven unter Druck gesetzt werden kann. Im folgenden wird die Durchführung des Verfahrens unter Benutzung der beschriebenen Vorrichtung erläutert, wobei auch Zahlenangaben zum besseren Verständnis eingefügt sind. In den unteren Teil des Gefäßes 1b, das im vorliegenden Beispiel ein Innenvolumen von etwa 40 ml aufweist, wird eine Probe bis zu 2 g Masse, sowie üblicherweise 65 %-ige Salpetersäure gegeben. Die Menge der Salpetersäure hängt von der Art und der Menge der Probe ab. Als Richtwert kann 1 bis 2 ml Salpetersäure für 500 mg Probe angenommen werden. Sodann wird eine sehr dünne Teflon-Dichtung auf den oberen Rand des Gefäßes 1b gelegt und der Deckel 1a aufgesetzt. Nachdem die Reaktionsgefäße in den Metallblock 7 eingesetzt sind, wird die Scheibe 11 auf die Schraube 17 gesetzt, und die Mutter 18 so lange angezogen, bis die Deckel 1a der Reaktionsgefäße genügend stark auf die unteren Teile 1b gedrückt sind. Sodann wird die mit Gefäßen 1 befüllte Vorrichtung 2 in den Behälter 3 eingebracht, der Deckel 4 auf den Behälter 3 unter Zwischenlegen einer Dichtung 12 auf den Behälter aufgesetzt. Danach werden die beiden Halbringe des Schnellverschlusses 8 um den so entstehenden Rand mit Doppelkonus gelegt und über die Spannvorrichtung 15 fest zusammengezogen, so daß der Deckel 4 auf den Behälter 3 gepreßt wird. Über den An-

schluß 5 wird der Behälter sodann beispielsweise aus einer Stickstoff-Bombe vor Beginn des Aufschlusses unter einen Inertgas-Druck von etwa 100 bar gesetzt. Ober den beheizten Boden 6 wird die Aufschlußtemperatur nun entweder schrittweise oder direkt auf etwa 300°C gebracht. Die Aufschlußdauer variiert dann je nach Probenmaterial von weniger als einer bis zu mehreren Stunden, wobei die Aufschlußtemperatur über den im Ständer 7 befindlichen Temperaturfühler gemessen und gesteuert bzw. geregelt wird. Um die Dichtung 12, die den Deckel 4 zum Behälter 3 hin abdichtet, nicht bei jeder Beschickung erneuern zu müssen, wird der Deckel 4 beispielsweise über eine Wasserkühlung unterhalb der Fließtemperatur des Dichtungsmaterials gehalten.

Es ist leicht ersichtlich, daß bei dieser Anordnung bzw. in diesem Verfahren die eigentlichen Reaktionsgefäße 1, die bei den angewendeten Temperaturen oft erhebliche Innendrucke (30 bis 60 bar) aufweisen, diesen Drücken nicht standhalten müssen, da der Außendruck, der im Behälter vorherrscht, diesen Druck sogar überkompensiert. Durch diese Überkompensation, der die Reaktionsgefäße 1 leicht standhalten, wird der Deckel 1a fest auf den unteren Teil des Reaktionsgefäßes 1b gedrückt, so daß kein Material aus dem Inneren des Reaktionsgefäßes 1 entweichen kann. Die zwischen Ober- und Unterteil des Gefäßes 1 gelegte Teflon-Dichtung wird zwar bis über ihre Fließgrenze aufgeheizt, zeigt jedoch nicht die oben beschriebenen nachteiligen Wirkungen des Kunststoffes, da ihre freiliegende Oberfläche vernachlässigbar klein ist.

Im Gegensatz zu Verfahren bzw. Vorrichtung nach dem Stand der Technik ist es somit möglich, gleichzeitig mehrere Proben bei erheblich höheren Drücken und Temperaturen aufzuschließen. Als limitierender Faktor für die Drucksteigerung ist lediglich die Beschaffenheit des Autoklaven, also des Behälters 3, des Deckels 4 und der dazugehörigen Verschlusvorrichtung zu nennen, wobei diese mehr oder

22.10.81 3141939

M/22 209

g - 8 -

minder beliebig stabil gebaut werden können. Das gezeigte Verfahren bzw. die beschriebene Vorrichtung bieten somit besonders im Routinebetrieb erhebliche Vorteile gegenüber dem Stand der Technik. Weiterhin bietet die Erfindung die Möglichkeit eine Reihe von Stoffen aufzuschließen, deren Bearbeitung bis jetzt einen erheblich größeren Aufwand erforderte.

Eine der Besonderheiten der gezeigten Vorrichtung besteht darin, daß nicht nur die Probengefäße schnell befüllt und verschlossen werden können, sondern auch der Autoklav mit dem Schnellverschluß leicht, sicher und schnell geschlossen und geöffnet werden kann. Dies ist eine unabdingbare Voraussetzung für Reihenuntersuchungen, da das hier eingesetzte, oft ungeübte Personal den komplizierten Mechanismus herkömmlicher Autoklaven manchmal falsch bedient. Diese Fehler geschehen leicht im Routinebetrieb und unter Zeitdruck und können Unfälle verursachen, deren Wirkungen kaum abzusehen sind.

31 41 939
B01 J 3/04
22. Oktober 1981
5. Mai 1983

3141939

- 11 -

Fig. 2

